SNI

Standar Nasional Indonesia

SNI 06-6989.16-2004

Air dan air limbah – Bagian 16: Cara uji kadmium (Cd) dengan metode Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) – nyala

ICS 13.060.50

Badan Standardisasi Nasional

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

“Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

Daftar isi

Daftar isi i
Prakata ii
1 Ruang lingkup 1
2 Acuan normatif 1
3 Istilah dan definisi 1
4 Cara uji 2
4.1 Prinsip 2
4.2 Bahan 2
4.3 Peralatan 2
4.4 Persiapan dan pengawetan contoh uji 2
4.5 Persiapan pengujian 2
4.6 Prosedur dan pembuatan kalibrasi 3
4.7 Perhitungan 3
5 Jaminan mutu dan pengendalian mutu 3
5.1 Jaminan mutu 3
5.2 Pengendalian mutu 4
6 Rekomendasi 4
Lampiran A Pelaporan 5

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

Prakata

Dalam rangka menyeragamkan teknik pengujian kualitas air dan air limbah sebagaimana telah ditetapkan dalam Peraturan Pemerintah Nomor 82 Tahun 2001 tentang Pengelolaan Kualitas Air, Keputusan Menteri Negara Lingkungan Hidup Nomor 02 Tahun 1988 tentang Baku Mutu Air dan Nomor 37 Tahun 2003 tentang Metode Analisis Pengujian Kualitas air Permukaan dan Pengambilan Contoh Air Permukaan, maka dibuatlah Standar Nasional Indonesia (SNI) untuk pengujian parameter-parameter kualitas air dan air limbah sebagaimana yang tercantum didalam Keputusan Menteri tersebut.

Metode ini merupakan hasil kaji ulang dari SNI yang telah kadaluarsa dan menggunakan referensi dari metode standar internasional *JIS*. Metode ini telah melalui uji coba di laboratorium pengujian Balai Besar Kimia dan Kemasan, Balitbang Indag-Deperindag, Jakarta dalam rangka validasi dan verifikasi metode serta di konsensuskan oleh Panitia Teknis (Pantek) 207-S Bidang Manajemen Lingkungan, Kementerian Lingkungan Hidup Sub Pantek Kualitas Air dengan para pihak terkait sesuai dengan Pedoman BSN Nomor 8 Tahun 2000 tentang Penulisan Standar Nasional Indonesia.

Standar ini telah disepakati dan disetujui dalam rapat konsensus dengan peserta rapat yang mewakili produsen, konsumen, ilmuwan, instansi teknis, pemerintah terkait dari pusat maupun daerah pada tanggal 30 Januari 2004 di Serpong, Tangerang – Banten.

Metode ini berjudul *Air dan air limbah – Bagian 16: Cara uji kadmium (Cd) dengan metode Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) – nyala* yang merupakan revisi dari SNI 06-2466-1991 dengan judul *Metode pengujian kadar kadmium dalam air dengan alat spektrofotometer serapan atom secara langsung.*

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

Air dan air limbah – Bagian 16: Cara uji kadmium (Cd) dengan metode Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) – nyala

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

1 Ruang lingkup

Metode ini digunakan untuk penentuan logam kadmium (Cd) dalam air dan air limbah secara Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) - nyala pada kisaran kadar Cd 0,05 mg/L sampai dengan 2,0 mg/L dan panjang gelombang 228,8 nm.

2 Acuan normatif

JIS. K.0102.55.1.2002, *Testing methods for industrial wastewater.*

3 Istilah dan definisi

3.1
larutan induk kadmium
larutan yang mempunyai kadar logam kadmium, Cd 1000 mg/L yang digunakan untuk membuat larutan baku dengan kadar yang lebih rendah

3.2
larutan baku logam kadmium
larutan induk logam kadmium, Cd yang diencerkan dengan air suling sampai kadar tertentu

3.3
larutan kerja logam kadmium
larutan baku logam kadmium, Cd yang diencerkan, digunakan untuk membuat kurva kalibrasi dan mempunyai kisaran kadar Cd 0,0 mg/L; 0,05 mg/L; 0,1 mg/L; 0,2 mg/L; 0,5 mg/L; 1,0 mg/L dan 2,0 mg/L

3.4
larutan blanko
air suling yang diasamkan atau perlakuannya sama dengan contoh uji

3.5
larutan pengencer
larutan yang digunakan untuk mengencerkan larutan kerja, yang dibuat dengan cara menambahkan asam nitrat pekat ke dalam air suling sampai pH 2

3.6
kurva kalibrasi
grafik yang menyatakan hubungan kadar larutan kerja dengan hasil pembacaan absorbansi masuk yang merupakan garis lurus

4 Cara uji

4.1 Prinsip

Penambahan asam nitrat bertujuan untuk melarutkan analit logam dan menghilangkan zat-zat pengganggu yang terdapat dalam contoh uji air dan air limbah dengan bantuan pemanas listrik, kemudian diukur dengan SSA menggunakan gas asetilen, C_2H_2.

4.2 Bahan

a) air suling;
b) asam nitrat, HNO_3 ;
c) larutan standar kadmium, Cd; dan
d) gas asetilen, C_2H_2.

4.3 Peralatan

a) SSA;
b) lampu holow katoda Cd;
c) gelas piala 250 mL;
d) pipet ukur 5 mL; 10 mL dan 20 mL;
e) labu ukur 100 mL;
f) corong gelas;
g) pemanas listrik;
h) kertas saring *whatman* 40, dengan ukuran pori θ 0.42 μm; dan
i) labu semprot.

4.4 Persiapan dan pengawetan contoh uji

Bila contoh uji tidak dapat segera dianalisa, maka contoh uji diawetkan dengan penambahan HNO_3 p sampai pH kurang dari 2 dengan waktu simpan maksimal 6 bulan.

4.5 Persiapan pengujian

4.5.1 Persiapan contoh uji

a) Masukkan 100 mL contoh uji yang sudah dikocok sampai homogen ke dalam gelas piala.
b) Tambahkan 5 mL asam nitrat.
c) Panaskan di pemanas listrik sampai larutan contoh uji hampir kering.
d) Ditambahkan 50 mL air suling, masukan ke dalam labu ukur 100 mL melalui kertas saring dan ditepatkan 100 mL dengan air suling.

4.5.2 Pembuatan larutan baku logam kadmium, Cd 100 mg/L

a) Pipet 10 mL larutan induk logam kadmium, Cd 1000 mg/L ke dalam labu ukur 100 mL.
b) Tepatkan dengan larutan pengencer sampai tanda tera.

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

4.5.3 Pembuatan larutan baku logam kadmium, Cd 10 mg/L

a) Pipet 50 mL larutan standar kadmium, Cd 100 mg/L ke dalam labu ukur 500 mL.
b) Tepatkan dengan larutan pengencer sampai tanda tera.

4.5.4 Pembuatan larutan kerja logam kadmium, Cd

a) Pipet 0,0 mL; 0,5 mL; 1 mL; 2 mL; 5 mL; 10 mL dan 20 mL larutan baku kadmium, Cd 10 mg/L masing-masing ke dalam labu ukur 100 mL.
b) Tambahkan larutan pengencer sampai tepat tanda tera sehingga diperoleh konsentrasi logam besi 0,0 mg/L; 0,05 mg/L; 0,5 mg/L; 0,1 mg/L; dan 0,2 mg/L.

4.6 Prosedur dan pembuatan kurva kalibrasi

a) Optimalkan alat SSA sesuai petunjuk penggunaan alat.
b) Ukur masing-masing larutan kerja yang telah dibuat pada panjang gelombang 228,8 nm.
c) Buat kurva kalibrasi untuk mendapatkan persamaan garis regresi.
d) Lanjutkan dengan pengukuran contoh uji yang sudah di persiapkan.

4.7 Perhitungan

Konsentrasi logam kadmium, Cd dihitung sebagai berikut:

$$Cd\ (mg/L) = C \times fp$$

dengan pengertian:

C adalah konsentrasi yang didapat hasil pengukuran (mg/L);
fp adalah faktor pengenceran.

Persen temu balik (% *recovery*, %)

$$\%\ R = \frac{A - B}{C} \times 100\ \%$$

dengan pengertian:

A adalah kadar contoh uji yang di *spike;*
B adalah kadar contoh uji yang tidak di *spike;*
C adalah kadar standar yang diperoleh *(target value).*

5 Jaminan mutu dan pengendalian mutu

5.1 Jaminan mutu

a) Gunakan bahan kimia berkualitas murni (pa).
b) Gunakan alat gelas bebas kontaminasi.
c) Gunakan alat ukur yang terkalibrasi.
d) Dikerjakan oleh analis yang kompeten.
e) Lakukan analisis dalam jangka waktu yang tidak melampaui waktu penyimpanan maksimum.

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

5.2 Pengendalian mutu

a) Koefisien korelasi (r) lebih besar sama dengan 0,95 dengan intersepsi lebih kecil sama dengan batas deteksi.

b) Lakukan analisis blanko untuk kontrol kontaminasi.

c) Lakukan analisis duplo untuk kontrol ketelitian analisis.

d) Jika koefisien variasi/standar deviasi relatif hasil pengukuran lebih besar sama dengan 10% maka dilakukan pengukuran ketiga.

6 Rekomendasi

Kontrol akurasi

a) Analisis *blind sample.*

b) Untuk kontrol gangguan matriks lakukan analisis *spike matrix* kisaran persen temu balik adalah 85% sampai dengan 115%.

c) Buat kurva kendali *(control chart)* untuk akurasi analisis.

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

Lampiran A

(normatif)

Pelaporan

Catat pada buku kerja hal-hal sebagai berikut:

1). Parameter yang dianalisis.
2). Nama analis dan tanda tangan.
3). Tanggal analisis.
4). Rekaman hasil pengukuran duplo, triplo dan seterusnya.
5). Rekaman kurva kalibrasi atau kromatografi.
6). Nomor contoh uji.
7). Tanggal penerimaan contoh uji.
8). Batas deteksi.
9). Rekaman hasil perhitungan.
10). Hasil pengukuran persen *spike matrix* dan *CRM* atau *blind sample* (bila dilakukan).
11). Kadar analit dalam contoh uji.

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

“Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

“Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3-4
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : bsn@bsn.go.id